



⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenl gungsschrift
⑩ DE 43 03 138 A 1

⑤ Int. Cl.⁵:
C 08 L 77/00
C 08 K 5/34
C 08 K 5/41
// C08K 5/3492,
5/3465,5/3462,
5/3435,5/3415

⑳ Aktenzeichen: P 43 03 138.2
㉑ Anmeldetag: 4. 2. 93
㉒ Offenlegungstag: 11. 8. 94

DE 43 03 138 A 1

㉑ Anmelder:
Sandoz-Patent-GmbH, 79539 Lörrach, DE

㉒ Erfinder:
Kaul, Bansi Lal, Dr., Biel-Benken, CH

㉓ Verfahren zur Herstellung von synthetischen Polyamiden mit verminderter Schmelzviskosität

㉔ Verwendung von Verbindungen, die im Molekül eine oder mehrere gegenüber Aminogruppen reaktive Gruppen und einen, zwei oder drei Reste mit sterisch gehindertem Amin enthalten, zur Herstellung von synthetischen Polyamiden mit verminderter Schmelzviskosität.

DE 43 03 138 A 1

Beschreibung

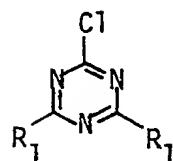
Es wurde gefunden, daß man die Schmelzviskosität synthetischer Polyamide beträchtlich senken kann, wenn man diesen eine oder mehrere gegenüber Aminogruppen reaktive Verbindungen, die einen, zwei oder drei Substituenten mit einem sterisch gehinderten Amin (HALS-Gruppen) enthalten, zusetzt. Dabei wird jedoch die relative Viskosität, der Polymerisationsgrad, die Tenazität (tenacity = Zusammenhalt) und die Verstreckbarkeit bis zum Bruch nicht negativ beeinflusst.

Synthetische Polyamide werden im allgemeinen bei Temperaturen über 270°C verarbeitet, insbesondere zu Fasern versponnen. Unter dieser Temperatur ist die Viskosität der synthetischen Polyamide, insbesondere die der "gefüllten" (z. B. pigmentierten oder Glasfaser-gefüllten) Polyamide, für eine einwandfreie Verarbeitung zu hoch, so daß der Durchsatz reduziert wird und/oder die Verarbeitungstemperatur erhöht werden muß. Aus diesem Grund können auch nur sehr hitzebeständige Farbstoffe/Pigmente für das Färben von synthetischen Polyamiden in der (Schmelz-)Masse verwendet werden. Auch führt eine etwa pannenbedingte Unterbrechung des Arbeitsganges beim Verspinnen leicht zu zumindest teilweise thermischer Zersetzung der in der Hochtemperaturzone befindlichen Polyamidmasse. Es gab darum seit langer Zeit Bemühungen, das Polyamid-Schmelzverfahren so zu modifizieren, daß bei niedrigerer Temperatur und/oder höherer Geschwindigkeit (größerem Durchsatz) gearbeitet werden kann.

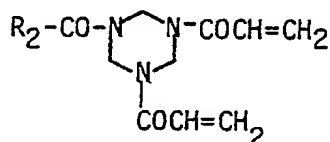
Dies ist nun erfindungsgemäß gelungen.

Die erfindungsgemäß als Schmelzviskositäts-Verbesserer eingesetzten Verbindungen sind solche aus der Gruppe der Mono- oder Dihalogentriazine, der Di- oder Trihalogenpyrimidine, Dihalogenchinoxaline, Dihalogenchinazolyne, Dihalogenphthalazine (Halogen bedeutet hier im allgemeinen Fluor, Chlor oder Brom, vorzugsweise Fluor und Chlor, insbesondere Chlor), β -Sulfatoäthylensulfone und Vinylsulfone (siehe auch z. B. den Artikel von E. Siegel, "Chemie der Reaktivfarbstoffe" Chimia, Supplement März 1968, 3. Internat. Farbensymposium, Interlaken, 100 ff.).

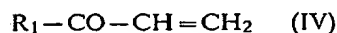
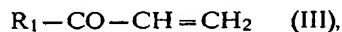
Bevorzugte, erfindungsgemäß einsetzbare Verbindungen entsprechen z. B. den Formeln I bis V



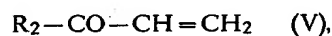
(I)



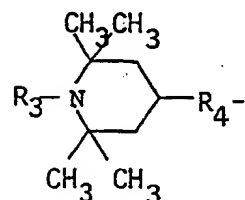
(II)



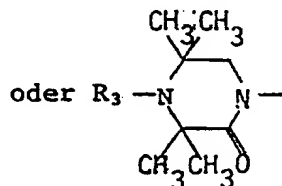
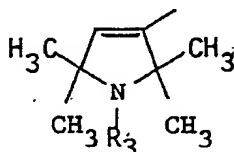
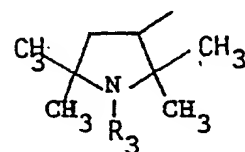
oder



worin R₁ einen Rest der Formel



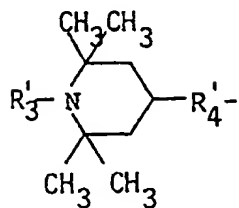
R₂ einen Rest der Formel



R₃ Wasserstoff, C₁₋₃-Alkyl, vorzugsweise Methyl, oder C₁₋₃-Acyl, vorzugsweise Acetyl,
R₄ eine Sauerstoff- oder -N(R₅)-Brücke und
R₅ Wasserstoff oder C₁₋₄-Alkyl

bedeuten.

Insbesondere bevorzugt sind die Verbindungen der Formel I, worin R₁ einen Rest der Formel



R'₃ Wasserstoff oder Methyl, vorzugsweise Wasserstoff und

R'₄ eine Sauerstoff- oder —NH-Brücke, vorzugsweise eine —NH-Brücke bedeuten.

Diese, an sich bekannten Verbindungen werden den synthetischen Polyamiden vorzugsweise bei ihrer Herstellung oder im Laufe ihrer Verarbeitung, vorzugsweise in einer Konzentration von 0,2 bis 5,0%, insbesondere von 0,5 bis 2,0% (bezogen auf das Gewicht der fertigen Polyamidmasse) beigemischt.

Im folgenden Beispiel bedeuten die Teile Gewichtsteile und die Prozente Gewichtsprozente. Die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben.

Beispiel

Zu 98,5 Teilen einer mit 35% Glasfasern gefüllten Polyamid 66-Masse ("Zytel", Du Pont) werden im Extruder bei 2900 1,0 Teil C.I. Solvent Black 7 und 0,5 Teile 2,4-Bis-(2',2',6',6'-tetramethylpiperidyl-4'-amino)-6-chlortriazin zugesetzt und die Masse bei dieser Temperatur homogenisiert und ausgepreßt. Die Schmelzviskosität dieser Masse, Shear-Rate 1000/s, bei 295° nach der Kapillarmethode (im Capillary Rheometer) gemessen, ist 93. Die gleiche, jedoch kein 2,4-Bis-(2',2',6',6'-tetramethylpiperidyl-4'-amino)-6-chlortriazin enthaltende Masse hatte, unter denselben Bedingungen hergestellt und gemessen (1000/s), eine Schmelzviskosität von 165. Die relative Viskosität der beiden extrudierten Massen (in Ameisensäure-Lösung) und die Zugfestigkeit (tensile strength) bleiben im vergleichbaren Rahmen.

Patentansprüche

1. Verwendung von Verbindungen, die im Molekül eine oder mehrere gegenüber Aminogruppen reaktive Gruppen und einen, zwei oder drei Reste mit sterisch gehindertem Amin enthalten, zur Herstellung von synthetischen Polyamiden mit verminderter Schmelzviskosität.
2. Verfahren zur Herstellung von synthetischen Polyamiden mit verminderter Schmelzviskosität, dadurch gekennzeichnet, daß man der synthetischen Polyamidmasse eine oder mehrere gegenüber Aminogruppen reaktive Verbindungen, die ein, zwei oder drei Substituenten mit einem sterisch gehindertem Amin enthalten, zusetzt.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die reaktiven, sterisch gehindertes Amin enthaltenden Verbindungen den synthetischen Polyamiden während ihrer Herstellung oder Verarbeitung zusetzt.
4. Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die reaktiven, sterisch gehindertes Amin enthaltenden Verbindungen den synthetischen Polyamiden in einer Konzentration von 0,2 bis 5,0%, insbesondere von 0,5 bis 2,0%, zusetzt.
5. Die gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche hergestellten synthetischen Polyamide.

- Leerseite -

THIS PAGE BLANK (USPTO)